

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

**WEST**

## End of Result Set

**Generate Collection****Print**

L25: Entry 1 of 1

File: DWPI

Aug 3, 1979

DERWENT-ACC-NO: 1979-66627B

DERWENT-WEEK: 197937

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Sized paper for documents comprising erasure indicator - contg. cpd. colourless at paper pH and coloured at higher pH

PRIORITY-DATA: 1977GB-0050569 (December 5, 1977)

## PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<u>FR 2410702 A</u>	August 3, 1979		000	

INT-CL (IPC): D21H 5/00; G07D 7/00

ABSTRACTED-PUB-NO: FR 2410702A

## BASIC-ABSTRACT:

Paper, suitable for preparing valuable documents, contains an erasure indicator comprising a cpd. which is substantially colourless at the pH of the paper and which is coloured at a higher pH, the colour being reversible with pH. Process for verifying ink erasure on a document comprises applying a bisulphite eraser to a paper as above in which the cpd. does not form a colourless complex with the bisulphite eraser. The paper above is suitable for recycling to prepare new substantially colourless paper. Paper is used for documents such as cheques, certificates and plane tickets. Unlike previous erasure indicators which involve the formation of Prussian Blue, the above gives paper suitable for recycling to prepare new paper, whereas Prussian Blue is not eliminated by simple pH change.

L16 ANSWER 4 OF 9 CAPLUS COPYRIGHT 2003 ACS on STN  
AN 1979:594915 CAPLUS  
DN 91:194915  
TI **Security paper** containing an erasure indicator  
PA Tullis Russell and Co. Ltd., UK  
SO Fr. Demande, 14 pp.  
CODEN: FRXXBL

DT Patent

LA French

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	FR 2410702	A1	19790629	FR 1978-34149	19781204
PRAI	GB 1977-50569		19771205		

AB A soln. contg. starch and an indicator (colorless at low **pH**, colored at higher **pH**) such as Pyranine [6358-69-6] or phenol red [143-74-8] is coated on paper to prep. **security paper** on which erasures can be detected by application of an alk. soln. In some cases, the starch solns. also contain a fluorescent whitener. Thus, a 10% aq. starch soln. was mixed with 0.5% (based on starch) Pyranine. The soln. was adjusted to **pH** 4-5 with HCl and coated on paper. Treatment of the colorless paper with an alk. soln. (**pH** 9-10) gave a yellow paper.

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

**2 410 702**

(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

A1

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21)

**N° 78 34149**

(54)

Papier de sécurité renfermant un indicateur de produit effaceur.

(51)

Classification internationale (Int. Cl.<sup>3</sup>). D 21 H 5/00; G 07 D 7/00.

(22)

Date de dépôt ..... 4 décembre 1978, à 16 h 2 mn.

(33) (32) (31)

Priorité revendiquée : *Demande de brevet déposée en Grande-Bretagne le 5 décembre 1977, n. 50.569/1977 et complétée le 26 mai 1978, n. 50.569/1977 au nom de la demanderesse*

(41)

Date de la mise à la disposition du  
public de la demande .....

B.O.P.I. — «Listes» n. 26 du 29-6-1979.

(71)

Déposant : Société dite : TULLIS RUSSELL & COMPANY LIMITED, résidant en Grande-Bretagne.

(72)

Invention de :

(73)

Titulaire : *Idem* (71)

(74)

Mandataire : A. Casalonga, 8, avenue Percier, 75008 Paris.

La présente invention concerne un papier de sécurité renfermant un indicateur de produit effaceur.

Les produits effaceurs pour les encres de crayons-feutres et de crayons à billes que l'on trouve actuellement sont à base de sulfite ou de bisulfite. Afin d'empêcher des modifications frauduleuses de documents de sécurité, tels que chèques, billets d'avion et certificats d'actions, des moyens pour vérifier si ces papiers de sécurité ont été falsifiés seraient souhaitables.

Le papier collé selon la présente invention, approprié pour être utilisé comme papier de sécurité, renferme des indicateurs d'effaceur comprenant un composé qui est sensiblement incolore au pH dominant du papier mais ce composé peut être vu sous une forme colorée à un pH supérieur et la couleur de ce composé est réversible avec le pH. Quand, dans cette présente demande, on dit que ce composé ou d'autres composés sont réversibles avec le pH ou que leur couleur est réversible avec le pH, la demanderesse entend par là que les changements dans la couleur qui se produisent par changement de pH, soit par augmentation, soit par diminution de celui-ci, sont réversibles. Ceci est une caractéristique importante de la présente invention puisqu'elle permet la fabrication facile de papier qui est sensiblement incolore mais qui se colore soit à un pH supérieur, soit à un pH inférieur et qui lorsqu'on réajuste le pH redevient sensiblement incolore. Ceci est une valeur particulière dans la fabrication du papier où le papier ainsi défini est fabriqué par un procédé qui implique la génération de cassés de fabrication et qui peut ensuite être recyclé à un pH et à une dilution tels, qu'il soit sensiblement incolore.

Un indicateur d'effacement traditionnel pour des effaceurs acides est un indicateur qui implique la formation de bleu de Prusse, c'est-à-dire utilisant du ferrocyanure, la coloration bleue étant engendrée à pH faible et ensuite généralement ne peut plus être éliminée. A cause de l'avantage de la fabrication donnant un pH acide auquel ledit composé qui est prévu pour indiquer une augmentation du pH est sous une forme sensiblement incolore, il s'ensuit naturellement que le papier contenant l'indicateur bleu de Prusse sera sous la forme bleue et que cette forme bleue ne pourra plus être éliminée en

remontant le pH, ce qui aura pour résultat que ces papiers ne pourront plus redevenir sous une forme sensiblement incolore. Il est toutefois naturellement souhaitable que le papier approprié pour être utilisé comme papier de sécurité puisse être  
5 rendu sensiblement incolore afin qu'il puisse être, soit sensiblement blanc, soit qu'il puisse être facilement imprimé ou encré à la nuance désirée par l'utilisateur.

La présente invention est basée sur le fait qu'au lieu de compter sur les ions sulfite ou bisulfite dans le produit  
10 d'effacement pour réagir avec quelque chose dans le papier de sécurité pour donner l'indication visuelle désirée, la demanderesse s'appuie sur l'alcalinité qui se produit sur le papier par l'application du produit effaceur. Les produits effaceurs à base de sulfite tendent à être alcalins dans tous les cas et  
15 ainsi engendrent généralement une alcalinité suffisante immédiatement par contact avec le papier pour amener le composé à devenir fortement coloré. Toutefois les produits effaceurs au bisulfite tendent à être acides, mais dans la présente invention la demanderesse s'appuie sur le fait, qu'après application  
20 d'un tel produit effaceur, du dioxyde de soufre s'évapore du papier et le pH du papier traité augmente de sorte que le composé, et par conséquent le papier, se colorent fortement quand une quantité suffisante de dioxyde de soufre s'est évaporé pour augmenter suffisamment le pH.

25 De préférence, le composé est incolore au pH dominant dans le papier avant le traitement mais une légère coloration peut être tolérée particulièrement si le papier est imprimé complètement, comme cela existe pour des papiers pour chèques. Le degré de coloration au pH supérieur doit être tel, qu'il y  
30 ait une différence nettement visible entre les zones qui sont colorées et celles qui ne le sont pas, même si le papier doit recevoir une surimpression sur toute la surface.

Les composés choisis pour l'indicateur du sulfite ou du bisulfite doit être sensiblement incolore au pH du papier,  
35 généralement entre 4 et 8, et coloré à un pH supérieur, généralement dans la région de 7 à 10. S'il est coloré partout quand il est à l'état sensiblement incolore, cette coloration est de préférence jaune.

Un grand nombre de colorants indicateurs classiques, tels que les colorants indicateurs azoïques, ne sont pas satisfaisants parce que le changement de couleur est insuffisamment prononcé. Egalement un grand nombre de composés que l'on pourrait supposer être satisfaisants tendent à réagir avec d'autres constituants dans les papiers de sécurité. Certains colorants du triarylméthane cependant sont satisfaisants. Des composés appropriés comprennent le pourpre de bromocrésol (5,5-dibromo-o-crésolsulfone-phthaléine), rouge de crésol (o-crésolsulfone-phthaléine), rouge de phénol (phénolsulfone-phthaléine), rouge de bromo-phénol (dibromo-phénolsulfone-phthaléine), phénolphtaléine (2,2-bis-para-hydroxyphényl)phtalide, pourpre de diphenol, et  $\alpha$ -naphtholphtaléine.

D'autres composés appropriés comprennent les colorants jaune brillant pour papier 300 % (Brilliant Paper Yellow 300 %, fabriqué par Sandoz Ltd) et les indicateurs fluorescents du type acide trans-o-coumarique (acide 2-hydroxy-trans-cinnamique) et la  $\beta$ -méthylumbelliférone (7-hydroxy-4-méthyl-coumarine) et l'acide de Cleves (acide 8-amino-naphtalène-2-sulfonique). Les trois derniers sont seulement efficaces quand l'échantillon de papier, après traitement avec un produit alcalin, est vu sous les rayons ultra-violet où on observe une fluorescence verte ou bleue.

Certains de ces composés réagissent avec le bisulfite pour former un complexe sensiblement incolore qui ne se colore pas quand le pH augmente, ou bien qui ne se colore que très lentement, par exemple au bout de quelques heures, et par conséquent de tels composés peuvent être utilisés au départ ou seulement pour montrer l'utilisation de produits effaceurs à base de sulfite.

Les composés particulièrement préférés dans la présente invention sont ceux qui ne forment pas de complexes avec le bisulfite sensiblement incolores, insensibles au pH. On préfère également les composés qui sont fortement fluorescents aux pH élevés.

On préfère surtout les colorants de pyrène, c'est-à-dire des colorants à base de molécule de pyrène, spécialement quand celle-ci renferme au moins un groupe amino ou un groupe hydroxyle et qu'elle est substituée sur certaines ou sur toutes

les positions 1, 3, 6 et 8 par des groupes acide sulfonique. Sont particulièrement préférés les acides pyrène-3,6,8-trisulfoniques qui sont substitués également sur la position 1 par un groupe hydroxyle ou un groupe amino. Le composé préféré utilisable dans la présente invention est l'acide 1-hydroxy-pyrène-3,6,8-trisulfonique désigné par la suite par le nom commercial "Pyranine". Un autre colorant de pyrène approprié est l'acide 1,3-dihydroxy-pyrène-6,8-disulfonique. Un autre colorant approprié utilisable comme indicateur avec le sulfite ou le bisulfite est le 3,6-dihydroxyphtalonitrile.

Ces dérivés du pyrène sont sensiblement incolores aux pH d'environ 5 ou au-dessous et ont généralement tout au plus une couleur jaune très pâle et une fluorescence vert-bleue très pâle à la lumière du jour mais une forte fluorescence sous les rayons ultra-violets. Cependant pour des pH supérieurs à environ 6 à 7, ils sont fortement colorés, la "Pyranine" ayant une fluorescence vert-jaune brillant. La pyranine et les autres colorants de pyrène ne forment pas de complexe avec le bisulfite mais à la place donnent la couleur prononcée désirée immédiatement par contact avec une solution de sulfite alcalin, et en quelques instants, par exemple 3 à 4 minutes, après contact avec une solution de bisulfite acide au fur et à mesure que le dioxyde de soufre s'évapore.

Il est souvent souhaitable d'incorporer des azurants optiques dans les indicateurs d'effaceur, particulièrement quand le composé a une coloration jaune sous sa forme sensiblement incolore. Avec les colorants de pyrène et spécialement avec la "Pyranine", il est avantageux d'utiliser les composés simultanément avec un azurant optique ayant une bande d'émission fluorescente correspondant en longueur d'onde à la bande d'absorption du colorant jaune. Ceci a pour résultat, particulièrement en la présence de quantités importantes de radiations UV telles qu'elles se présentent dans l'émission donnée par certains types de lampes fluorescentes telles que : les lampes fluorescentes lumière du jour artificielle, les lampes fluorescentes noires et la lumière solaire naturelle, d'augmenter l'effet de fluorescence perçue du colorant jaune à cause de l'effet de synergie de l'émission fluorescente due à la stimulation par l'ORA (azurant optique) de l'émission fluorescente du colorant



jaune. Les azurants optiques appropriés sont bien connus et comprennent par exemple les dérivés du stilbène, tels que les stilbène-triazines. La synergie existe entre les indicateurs fluorescents utilisés dans la présente invention et les azurants optiques(OBA). La quantité d'OBA est habituellement de 5 à -600 % de préférence de 10 à 100 % par rapport à la quantité de pyrène ou d'autres colorants. La quantité d'azurant optique s'élève généralement jusqu'à 300 mg/mm<sup>2</sup>, bien que, dans un grand nombre de cas, des résultats optimum puissent être obtenus à des valeurs de 10 à 100 mg/mm<sup>2</sup>.

Par ailleurs, à la place de l'azurant classique, on peut utiliser un composé sensible au pH qui, sous sa forme alcaline est fluorescent ayant une bande d'absorption dans la région de l'UV et une bande d'émission dans l'extrémité bleue du spectre visible. De préférence, la bande d'émission chevauche la bande d'absorption du colorant "Pyranine" de sorte que la fluorescence de la "Pyranine" est exaltée. Des composés qui peuvent être utilisés dans ce but comprennent l'acide trans-ortho-coumarique (acide 2-hydroxy-trans-cinnamique), l'acide de Gleves (acide 8-aminonaphtalène-2-sulfonique) et la  $\beta$ -méthylumbelliférone.

Dans la présente invention, la totalité de l'indicateur d'effaceur, c'est-à-dire tous les ingrédients qui sont présents dans le papier ou dans une colle déposée à la surface, ayant pour but de donner des changements de couleur quand le papier est traité par un effaceur oxydant, acide ou alcalin, est de préférence complètement réversible avec le pH. C'est-à-dire que tous les composants du papier qui changent de couleur avec la variation du pH sont réversibles avec le pH. Naturellement les indicateurs d'effaceur oxydants ne peuvent pas changer de couleur avec le pH. L'indicateur d'effaceur dans le papier de la présente invention consiste, de préférence essentiellement, seulement en ledit composé indicateur pour le sulfite ou le bisulfite, ou bien essentiellement, seulement d'un mélange de composé avec un ou plusieurs indicateurs sensiblement incolores pour un effaceur oxydant, un indicateur réversible avec le pH qui est sensiblement incolore au pH dominant dans le papier mais pouvant être vu sous une forme colorée à un pH inférieur, et un azurant optique. Sont particulièrement préférés

les papiers dans lesquels l'indicateur d'effaceur consiste essentiellement seulement dudit composé indicateur pour le sulfite et/ou le bisulfite, d'azurant optique et éventuellement, d'un indicateur sensiblement incolore pour un effaceur oxydant. Des indicateurs appropriés pour effaceurs oxydants sont connus et comprennent certains aminobenzothiazoles.

La composition de l'indicateur peut être incorporée dans le papier ou dans une colle appliquée sur le papier ou bien certains composants de l'indicateur peuvent être dans le papier et d'autres dans une colle.

On préfère généralement appliquer le composé dans un encollage superficiel, par exemple en l'incorporant dans un encollage superficiel classique à la presse à encoller de la machine de fabrication du papier. L'encollage superficiel contiendra un liant approprié, par exemple de l'amidon. La concentration du composé dans la colle est généralement de 0,1 à 5 % par rapport au poids du liant sec, de préférence de 0,2 à 0,5 % bien qu'avec le colorant de pyrène des quantités plus grandes, par exemple 0,25 à 2 % soient souvent préférées.

La quantité de la composition contenant le colorant appliquée est généralement de 1 à 3 g/m<sup>2</sup>, de préférence 2 à 3 g/m<sup>2</sup>, calculée sur le poids sec de la composition.

La quantité de composé incorporé dans le papier ou déposée sur le papier est généralement de 1 à 150 mg/m<sup>2</sup>, avec des quantités préférées de 2 à 15 mg/m<sup>2</sup> pour la plupart de ces composés, bien que des quantités plus élevées, de préférence 5 à 50 mg/m<sup>2</sup>, soient généralement préférées avec les composés du pyrène.

La colle contenant le colorant doit être à un pH suffisamment acide pendant le couchage afin que le composé soit sous la forme incolore, par exemple à un pH de 4 à 5 ou 6, selon le composé utilisé. Le papier sur lequel le composé est appliqué contient souvent déjà un agent de collage interne acide et ne doit pas avoir un pH alcalin.

Les composés sont de préférence incorporés dans la colle sous forme soluble dans l'eau, par exemple sous forme de sel de métal alcalin, tel que le sel de sodium (suivi d'une acidification) et/ou ils peuvent être dissous au préalable dans une petite quantité de solvant, tel que le méthanol, avant d'être mélangés avec le reste de la solution de colle ou de liant.

Quand ce papier est recyclé sous forme de cassés de fabrication, il est de préférence dispersé dans un grand volume d'eau afin que le pH auquel le colorant sensible au sulfite ou au bisulfite se colore, soit élevé, par exemple à environ 8. Ainsi, dans ce recyclage la concentration du colorant peut facilement être ramenée à environ  $5 \times 10^{-4}$  g/l comparé à une valeur type d'environ 0,5 g/l dans la colle elle-même.

Tous les papiers selon la présente invention sont collés à la fois à l'extérieur, y compris la colle dans laquelle le composé choisi est appliqué, et à l'intérieur. Ainsi, ils doivent être non poreux et fortement collés, pouvoir être chargés, et avoir une surface très lisse. La porosité Gurley est normalement d'au moins 12 s/100 ml, et de préférence d'au moins 25 s/100 ml. Le papier a, de préférence, un lissé Bendtsen inférieur à 220 ml/mm à 150 mm de largeur calibrée (W.G) avec de préférence une valeur maximum de 150 ml/mm ou moins. Leur poids peut aller par exemple de 40 à 120 g/m<sup>2</sup>. Le papier de sécurité peut être utilisé par exemple pour des billets d'avion, des certificats d'actions ou des chèques bancaires.

La présente invention est illustrée par les exemples descriptifs et non limitatifs ci-après.

#### Exemple 1

On prépare une solution d'amidon jusqu'à ce qu'elle contienne 10 % d'amidon dans l'eau, en chauffant la solution avec une agitation constante jusqu'à ce que l'amidon soit gélifié puis on la refroidit à la température ordinaire. A une quantité de cette solution d'amidon on ajoute 0,5 % de "Pyranine", calculée sur le poids d'amidon et on la dissout. La solution est jaune et montre une fluorescence jaune-vert brillante. Le pH de cette solution est réglé en ajoutant de l'acide chlorhydrique à une valeur comprise entre 4 et 5. La solution a maintenant une nuance jaune très pâle et une fluorescence bleu verte moins intense.

Cette solution est appliquée sur la surface d'un papier pour documents de sécurité et séchée pour donner un couchage de 2 - 3 g/m<sup>2</sup>. Le couchage est incolore et montre une fluorescence bleu-vert quand on le place sous la lumière ultraviolette.

Quand on le traite avec une solution alcaline à un pH

de 9 à 10, le couchage développe une couleur jaune avec une fluorescence jaune nette. Quand on le place sous une lampe U.V. la fluorescence est fortement exaltée.

5 Le traitement du papier avec une solution de sulfite alcalin de pH 9 - 10 donne le même résultat. Quand le papier est traité par contre avec une solution de bisulfite acide, une fluorescence similaire se développe mais plus lentement.

#### Exemple 2

10 Une solution d'amidon contenant de la "Pyranine" est élaborée exactement comme décrit dans l'exemple 1, sauf que 0,05% calculé sur le poids d'amidon, d'un azurant optique liquide du type stilbène-triazine "(Photine AS", fournie par Hickson et Welch Limited) est ajouté.

15 Le pH de cette solution est réglé et la solution est appliquée et séchée comme dans l'exemple 1.

20 Quand ce couchage est traité avec une solution alcaline à un pH de 9 à 10, une coloration jaune fluorescente est obtenue comme dans l'exemple 1, mais la fluorescence est notablement plus brillante que dans l'exemple 1 à cause de l'effet de l'azurant optique, particulièrement quand le papier est placé sous une lampe UV.

25 Quand le couchage est traité avec une solution de sulfite alcalin à un pH de 9-10, on obtient le même résultat. Une forte fluorescence jaune se développe lentement quand le couchage est traité avec une solution de bisulfite acide.

#### Exemple 3

30 On prépare une solution d'amidon contenant de la "Pyranine" exactement comme décrit dans l'exemple 1, sauf que 0,1 %, calculé sur le poids d'amidon, de  $\beta$ -méthylumbelliférone est ajouté.

Le pH de la solution est réglé, et la solution est déposée et séchée comme dans l'exemple 1.

35 Quand on traite ce couchage avec une solution alcaline à pH de 9-10, une couleur jaune fluorescente est obtenue comme dans l'exemple 1, mais la fluorescence est notablement plus brillante que dans l'exemple 1 à cause de l'effet de la  $\beta$ -méthylumbelliférone, particulièrement quand on place le papier sous la lampe UV. Cet exemple également présente l'avantage que la fluorescence du fond dans la zone non traitée avec la solution

alcaline est notablement plus faible que dans l'exemple 2.

Quand on traite le couchage avec une solution de sulfite alcalin à un pH de 9-10, on obtient le même résultat. Une forte fluorescence jaune se développe lentement quand le couchage est traité avec une solution de bisulfite acide.

#### Exemple 4

On prépare une solution d'amidon contenant 10 % d'amidon dans l'eau en chauffant la solution sous agitation constante jusqu'à ce que l'amidon soit gélifié, puis on la refroidit à la température ordinaire. Une solution aqueuse à 0,5 % de rouge de phénol (forme soluble dans l'eau de BDH Chemicals Ltd) est préparée et un volume suffisant de cette solution d'indicateur est ajoutée à une quantité de solution d'amidon pour obtenir une concentration en rouge de phénol sur l'amidon sec de 0,25 %. La solution orangée résultante qui est à un pH de 6,3 est appliquée sur la surface d'un papier pour documents collé acide et séchée pour obtenir un couchage de 1,5 g/m<sup>2</sup>. Le couchage a une couleur légèrement jaunâtre.

Quand on le traite avec une solution alcaline de pH 9-10, le couchage développe une couleur rouge. Le même résultat est obtenu en le traitant avec une solution de sulfite alcalin au même pH. Quand on le traite avec une solution de bisulfite acide, le couchage développe une couleur rouge lentement en plusieurs heures.

#### Exemple 5

On prépare une solution d'amidon contenant du rouge de phénol exactement de la même façon que décrite dans l'exemple 4, sauf qu'avant une couche de 13 g/l d'un azurant optique pulvérulent ("Tinopal" SCP en poudre de Ciba-Geigy Ltd) sont ajoutés à la solution et dissous.

Une fois cette solution déposée sur le papier, la coloration jaune du couchage est moins prononcée que dans le cas de l'exemple 4. Les réactions obtenues en appliquant une solution alcaline de pH 9-10, une solution de sulfite alcalin au même pH, et une solution de bisulfite acide, sont les mêmes que dans l'exemple 4.

#### Exemple 6

On prépare une solution d'amidon de la même façon que décrite dans l'exemple 4, sauf que 5 % de méthylumbelliférone, calculés sur le poids de l'amidon sec, sont ajoutés à la place

du rouge de phénol. Une fois cette solution déposée sur le papier et séchée, on obtient un couchage incolore.

5 Quand on traite le papier avec une solution alcaline, il n'y a pas de réaction visible à l'oeil nu dans des conditions d'éclairement normal, mais une fluorescence bleue intense peut être vue quand le papier couché est examiné sous les rayons ultraviolets. Quand on traite le papier avec une solution de sulfite alcalin, on obtient la même réaction.

10 Quand on traite le papier avec une solution acide de bisulfite, et qu'on l'examine sous les rayons ultraviolets, on n'observe pas de réaction immédiatement mais une fluorescence bleue intense se développe lentement.

#### Exemple 7

15 Une composition de fabrication, comprenant 50 % d'une pâte de bois de résineux au sulfate, et 50 % d'une pâte de bois de feuillus au sulfate, est raffinée jusqu'à une humidité de 45°. A cette composition de fabrication, on ajoute une colle de résine, de l'argile, un auxiliaire de rétention et, après dilution à une consistance appropriée pour fabriquer le papier, le pH  
20 est réglé à 4,8 - 5,0 avec de l'alun. Cette pâte est transformée en papier de force 96 g/m<sup>2</sup> sur une machine à papier équipée d'une presse à encoller.

A la presse à encoller de la machine à papier, le papier est collé en surface avec une composition d'encollage comprenant une solution à 10 % d'un amidon oxydé dans l'eau et contenant 5 %, calculés sur le poids d'amidon, d'un dérivé 2-amino-  
25 benzothiazole connu sous le nom de "Securistain", 1,2 %, calculé sur le poids d'amidon, de "Pyranine", et 6 %, calculé sur le poids d'amidon, d'un azurant optique à base de stilbène-  
30 triazine, pour obtenir une absorption d'eau de 26 %, correspondant à un couchage de 2,8 g/m<sup>2</sup>. Avant son utilisation la composition d'encollage est réglée à un pH compris entre 4 et 5 comme dans l'exemple 1.

35 Quand le papier ainsi fabriqué est traité avec une solution contenant de l'hypochlorite de sodium, tel qu'il est utilisé dans les solutions pour effacement connues, une tache brune se développe. Quand le papier est traité avec un effaceur avec stylet à pointe de feutre contenant une solution de sulfite alcalin, une tache jaune fluorescente se produit. Quand le

papier est traité avec une solution de bisulfite acide telle qu'elle est utilisée dans les solutions pour effacement, connues, une tache jaune fluorescente similaire se produit sur une période de plusieurs minutes.

- 5        Quand le papier est fabriqué de la même façon à partir d'une composition de fabrication similaire, mais contenant jusqu'à 40 % de papier fabriqué comme ci-dessus, recyclé sous forme de cassés de fabrication, un papier ayant des propriétés similaires est obtenu qui ne montre aucune coloration provenant
- 10       de la présence de produits chimiques de sécurité dans les cassés de fabrication recyclés. Ce papier donne les mêmes réactions aux réactifs pour effacement décrits ci-dessus.

REVENDICATIONS

1. Papier collé approprié pour être utilisé comme papier de sécurité, caractérisé par le fait qu'il renferme un indicateur d'effaceur comprenant un composé qui est sensiblement incolore au pH dominant dans le papier mais qui peut être vu sous une forme colorée à un pH supérieur, et que la couleur du composé est réversible avec le pH.
2. Papier selon la revendication 1, caractérisé par le fait que ledit composé ne forme pas de complexe sous forme incolore avec un effaceur au bisulfite.
3. Papier selon les revendications 1 ou 2, caractérisé par le fait que l'indicateur d'effaceur comprend également un azurant optique.
4. Papier selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que ledit composé est un colorant de pyrène.
5. Papier selon la revendication 4, caractérisé par le fait que ledit composé est la "Pyranine" (acide 1-hydroxypyrene-3,6,8-trisulfonique).
6. Papier selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que l'indicateur d'effaceur est essentiellement entièrement réversible avec le pH, c'est-à-dire que les changements de la couleur dus à des changements du pH soit par augmentation, soit par diminution de celui-ci, sont réversibles.
7. Papier selon la revendication 6, caractérisé par le fait que l'indicateur d'effaceur consiste essentiellement, seulement en ledit composé ou bien essentiellement seulement en un mélange dudit composé avec un indicateur sensiblement incolore pour un effaceur oxydant, et/ou un composé indicateur réversible avec le pH, c'est-à-dire qui est sensiblement incolore au pH dominant dans le papier mais qu'il peut être vu sous une forme colorée à un pH inférieur, et/ou un azurant optique.
8. Papier selon la revendication 6, caractérisé par le fait que l'indicateur d'effaceur consiste essentiellement seulement en ledit composé, l'azurant optique, et éventuellement un indicateur sensiblement incolore pour un effaceur oxydant.
9. Papier selon l'une quelconque des revendications 7 et 8, caractérisé par le fait que l'indicateur pour l'effaceur



oxydant est un aminobenzothiazole.

10. Papier selon l'une quelconque des revendications 3, 7 ou 8, caractérisé par le fait que l'azurant optique est un dérivé du stilbène.

5 11. Procédé pour vérifier l'effacement de l'encre sur un papier de sécurité comprenant l'application sur le papier selon la revendication 2, d'un effaceur au bisulfite.

10 12. Procédé pour la fabrication du papier, caractérisé par le fait qu'il comprend la génération de cassés de fabrication contenant ledit composé pendant la fabrication du papier selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, et le recyclage des cassés de fabrication à un pH et à une dilution tels, que ce papier soit sensiblement incolore.